



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 0620776-6 A2**

(22) Data de Depósito: 28/12/2006
(43) Data da Publicação: 24/07/2012
(RPI 2168)



(51) *Int.Cl.:*
C07C 51/41
C07C 51/44
C07C 53/06
A23K 1/16
A23K 1/175
A23K 1/18

(54) **Título:** PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA, E, USO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA

(30) **Prioridade Unionista:** 29/12/2005 DE 10 2005 062 931.8

(73) **Titular(es):** Basf SE

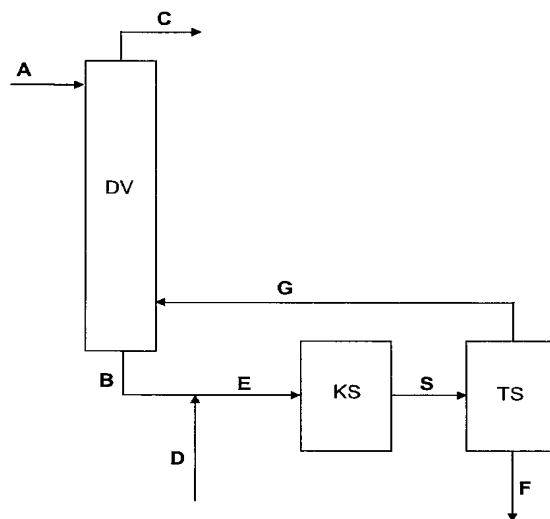
(72) **Inventor(es):** Alexander Rauk, Anna Valeska Lohmann, Robert Heinz, Stefan Gropp

(74) **Procurador(es):** Momsen, Leonardos & CIA.

(86) **Pedido Internacional:** PCT EP2006070246 de 28/12/2006

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/074164de 05/07/2007

(57) **Resumo:** PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA, E, USO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA. A presente invenção diz respeito a um processo para a produção de uma preparação de diformiato de sódio sólida tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 35 % em peso com base no peso total de preparação de diformiato de sódio, em que, em temperatura elevada, uma solução aquosa (E) é produzida, que compreende, formiato de sódio e ácido fórmico em uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{HCOONa}$ maior do que 1,5:1 e que tem uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{H}_2\text{O}$ de pelo menos 1,1:1, a solução aquosa (E) é levada à cristalização para obter uma fase sólida (F) e um licor mãe (G) e a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), (i) o licor mãe (G) sendo alimentado a um aparelho de destilação (DV); (ii) o licor mãe (G) no aparelho de destilação (DV) sendo misturado com uma base compreendendo sódio (A) para obter uma mistura (B) que compreende formiato de sódio e ácido fórmico; (iii) misturando-se a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) com ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) e (iv) excesso de água (C) sendo essencialmente ejetados apenas pela retirada do aparelho de destilação (DV) e também ao uso de uma preparação de diformiato de sódio sólida obtível pelo processo inventivo como aditivo de ração para a ração para animal, em particular para a ração para animal monogástrico e especialmente para a ração para animal para porcos e/ou aves domésticas.



“PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA, E, USO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA”

5 A presente invenção diz respeito a um processo para a produção de uma preparação de diformiato de sódio sólida tendo um alto teor de ácido fórmico.

DESCRIÇÃO

10 Os formiatos ácidos têm uma atividade microbiana e são usados, por exemplo, para conservar e para acidificar materiais vegetais e animais, por exemplo, gramas, produtos agrícolas ou carne, para o tratamento de bio-resíduos ou como um aditivo para a nutrição animal.

15 No campo da nutrição animal, como compostos de sódio, no geral, é feito o uso de misturas de diformiato de sódio com hidrogeno formiato ou o último sozinho, ver, por exemplo, o WO 96/35337 e o WO 04/57977. O WO 96/35337, além disso, diz respeito ao uso de diformiato de sódio, nenhuma instrução específica na produção deste composto sendo dada.

20 No geral, para o uso de hidrogeno formiatos, um teor de ânions de formiato tão altos quanto possível como um dos constituintes ativos é desejável. A partir do aspecto econômico, é vantajoso, em particular se este aumento do teor de ânions de formiato for acompanhado por uma fração de ácido fórmico tão alta quanto possível, visto que este oferece simultaneamente a atividade acidificadora. A partir destes aspectos, o uso de formiato de sódio acidificado por ácido fórmico (a seguir, também referido como diformiato de sódio) é particularmente apropriado, visto que, neste
25 caso, em comparação como o hidrogeno tetraformiato de trissódio e também comparado com formiato de potássio acidificado por ácido fórmico (a seguir também referido como diformiato de potássio), em cada caso um teor teórico mais alto, tanto em ânions de formiato quanto em ácido fórmico, está presente. Embora alguns valores sejam, algumas vezes mais apropriados no

caso de diformiato de amônio, que é um composto muito instável, entretanto.

Os formiatos ácidos na forma sólida e sua produção foram conhecidos como tais, por exemplo, em Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie [Gmelin's handbook of inorganic chemistry], 8ª edição, Número 21, páginas 816 a 819, Verlag Chemie GmbH, Berlin 1928 e também número 22, páginas 919 a 921, Verlag Chemie GmbH, Berlin 1937. Os formiatos ácidos, diformiato de potássio e diformiato de sódio são ditos nestas citações serem obtíveis, em princípio, pela dissolução de formiato de potássio ou formiato de sódio em ácido fórmico e esfriamento subsequente. Além do diformiato de sódio, a forma cristalina mais estável, hidrogeno tetraformiato de trissódio existe. Entretanto, referência é feita ao fato de que especialmente o diformiato de sódio é acessível apenas com dificuldade na forma seca cristalina e, além disso, é relativamente instável. As afirmações em Gmelin's handbook apenas permitem a conclusão que os produtos descritos neste não foram diformiato de sódio puro.

A Patente alemã DE 424017 (de 14/01/1926) explica a produção de formiatos de sódio acidificados por ácido fórmico tendo vários teores de ácido pela introdução de formiato de sódio em ácido fórmico aquoso. Os cristais resultantes são obtidos pelo esfriamento da solução até a temperatura ambiente. Dependendo do teor de água do ácido fórmico, além do hidrogeno formiato de trissódio e misturas de hidrogeno formiato de trissódio com diformiato de sódio, diformiato de sódio também é relatado ser acessível. o último é dito ser obtido pelo processo da DE 424017 quando o ácido fórmico usado tem um teor maior do que 50 %, por exemplo, 80 %, como no Exemplo 2.

Os experimentos próprios dos inventores, entretanto, constataram que, sob as condições especificadas no DE 424017, o diformiato de sódio não pode ser obtido na forma cristalina pura. Em vez disso, neste procedimento, uma mistura com hidrogeno formiato de trissódio é obtido, o

teor de ácido fórmico que é, marcadamente abaixo, o valor teórico esperado para o diformiato de sódio puro de 40,36 % em peso, com base no peso seco total.

EP 0 824 511 B1 descreve um processo para a produção de produtos que compreende di-sais de ácido fórmico. Neste processo, certos formiatos de metal alcalino ou de amônio, hidróxidos, (bi)carbonatos ou amônia são misturados de 40° C a 100° C com ácido fórmico que tem um teor de pelo menos 50 %. A mistura é então esfriada e os di-sais são obtidos por filtração. Embora a produção de formiato de potássio acidificado por ácido fórmico e também de misturas de formiato de sódio acidificado por ácido fórmico com hidrogeno tetraformiato de trissódio seja explicada por meio de exemplo, a produção de diformiato de sódio puro sólido, em contraste, não é explicado. Por exemplo, isto ocorre porque os limites de temperaturas e concentração especificados para as soluções de formiato de potássio e de sódio (aquosas) devem ser usadas para o processo apenas permitem a produção de diformiato de potássio, visto que as soluções (aquosas) de formiato de sódio, devido ao limite de solubilidade inferior, em comparação com o formiato de potássio, não pode ser produzido nas concentrações especificadas. Portanto, embora o diformiato de potássio é obtido, o diformiato de sódio está presente exclusivamente em uma mistura com hidrogeno tetraformiato de trissódio.

Além disso, EP 0 824 511 B1 descreve um método de processamento em que o licor mãe obtido após a cristalização é completamente neutralizada ($\text{pH} = 9$ a 10) e é concentrada a um teor de formiato de 70 a 80 % e em que a solução de formiato resultante é recirculada à solução de partida usada para a cristalização. A fim de ser capaz de utilizar este processo explicado no EP 0 824 511 B1 por meio de exemplo na base de produção de diformiato de potássio para a produção de diformiato de sódio, a solução de formiato de sódio a ser concentrada deve ser manuseada em

temperaturas comparativamente altas. Por exemplo, uma solução de formiato de sódio de 70 % em peso de concentração é apenas obtível em uma temperatura de cerca de 135° C e uma solução de formiato de sódio de 80 % em peso de concentração apenas em uma temperatura de 180° C. Tais temperaturas requerem gasto alto no aquecimento dos aparelhos usados, por exemplo, encanamento e válvulas. Se, após a concentração, uma solução de formiato de sódio de 80 % em peso de concentração é recirculado e misturado, por exemplo, solução de ácido fórmico com 85 % em peso de concentração, a solução resultante, devido à sua concentração de água alta, pode ser apenas cristalizada de maneira industrial com alto gasto. A temperatura de cristalização de uma tal solução está abaixo de 20° C, de modo que, no geral, uma unidade de refrigeração requer gasto no custo de energia e custo de capital é necessário. Além disso, na neutralização de todo o licor mãe de acordo com o processo descrito no EP 0 824 511 B1, muito formiato de sódio é produzido de modo que, quando o equilíbrio total é considerado, uma fração em excesso deve ser dispensada. Isto não pode ser evitado mesmo usando-se uma solução de ácido fórmico mais altamente concentrada.

O WO 2006/108652 (= pedido alemão prévio DE 10 2005 017 089.7) descreve pela primeira vez um processo para a produção de diformiato de sódio sólido tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 35 % em peso na forma estável e seca pura.

Além disso, WO 2006/117187 (o pedido alemão prévio DE 10 2005 020 890.8) descreve um processo para a produção de um tal diformiato de sódio sólido em que a quantidade resultante de formiato de sódio em excesso é minimizado. Embora este processo permita utilização eficiente do licor mãe resultante pela recirculação essencialmente completa ao processo, descarte do excesso de água por meio de uma concentração de custo intensivo do licor mãe parcialmente neutralizado é requerido.

A estabilidade adequada de formiatos de sódio acidificado por ácido fórmico na forma sólida é de importância particular não apenas com respeito ao manuseio e vida de armazenagem, mas também com respeito à produção. Em particular, a liberação ocorrendo em escala relativamente grande escala no ácido fórmico presente no formiato de sódio ácido é indesejável, devido à sua ação corrosiva.

No campo da nutrição animal, o diformiato de sódio oferece a vantagem que o elemento de traço sódio não necessita ser adicionado separadamente na forma de NaCl como, de outra maneira, de costume, mas já representa uma fonte de sódio como tal. Devido ao alto teor de ácido fórmico em diformiato de sódio, por exemplo, em comparação com o hidrogeno tetraformiato de trissódio, o teor de íons de sódio é limitado. Um teor baixo ou limitado de cátions, por exemplo, incluindo íons de potássio, é desejável até o ponto que o último, em particular, no caso de animais monogástricos e, especialmente, no caso de aves domésticas pode levar a uma entrada de líquido aumentada (absorção aumentada) e desta maneira, para a diluição da excreção dos animais, isto é, pode desenvolver atividade diurética.

O objetivo essencial da presente invenção foi fornecer um processo simples e barato para a produção de uma preparação de diformiato de sódio sólida que consiste essencialmente de diformiato de sódio e está preferivelmente em uma forma tão estável, seca e pura quanto o possível, cujo processo evita os problemas descritos acima da técnica anterior. Em particular, a recirculação do licor mãe ao processo de produção deve ser permitido de uma tal maneira que nenhuma etapa de concentração ou secagem separadas é requerida para o descarte do excesso de água e/ou sem excesso de formiato de sódio crescente. Além disso, o processo inventivo deve, além disso, permitir a produção de uma tal preparação que tenha um alto teor de ácido fórmico e em que o diformiato de sódio está presente em pureza alta e também na forma comparativamente estável e seca, de modo que

o processo seja aplicável no contexto de uma produção industrial, em particular, em temperaturas comparativamente baixas.

Este objetivo foi surpreendentemente atingido pela cristalização do composto alvo a partir da mistura de uma mistura de formiato de sódio com mais do uma vez e uma metade de excesso molar de ácido fórmico enquanto mantêm-se uma razão molar de ácido fórmico para água de pelo menos 1,1:1, a alimentação do licor mãe pelo menos em parte a um aparelho de diluição (DV) e obtendo-se a solução a ser cristalizada em ou a jusante do aparelho de destilação (DV), excesso de água essencialmente não sendo descartado pela remoção do aparelho de destilação (DV).

A presente invenção portanto, primeiramente, diz respeito a um processo para a produção de uma preparação de diformiato de sódio sólida tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 35 % em peso com base no peso total de preparação de diformiato de sódio, em que, em temperatura elevada, uma solução aquosa (E) é produzida, que compreende formiato de sódio e ácido fórmico em uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{HCOONa}$ maior do que 1,5:1 e que tem uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{H}_2\text{O}$ de pelo menos 1,1:1, a solução aquosa (E) é levada à cristalização para obter uma fase sólida (F) e um licor mãe (G) e a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), (em que a solução aquosa (E) é preparada de acordo com as etapas (i) (iv)),

(i) o licor mãe (G), no total ou parcialmente, sendo alimentado a um aparelho de destilação (DV);

(ii) o licor mãe (G) no aparelho de destilação (DV) sendo misturado com uma base compreendendo sódio (A) para obter uma mistura (B) que compreende formiato de sódio e ácido fórmico;

(iii) misturando-se a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) com ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) e

(iv) excesso de água (C) sendo essencialmente ejetados apenas pela retirada do aparelho de destilação (DV).

A pessoa habilitada estimará facilmente que a fim de realizar o processo inventivo, as etapas (i) a (iv) não necessitam ser, necessariamente, seguidas em uma ordem cronológica. Em vez disso, duas ou mais das etapas de (i) a (iv) também podem ser realizadas de maneira simultânea, particularmente no caso onde o processo inventivo é realizado continuamente. Desta maneira, a etapa (iv) está, de maneira explícita, localmente conectada com o aparelho de destilação (DV), a etapa (iv) será usualmente realizada, por exemplo, simultaneamente com a etapa (ii) ou diretamente após a etapa (ii) ser realizada. Em consequência, a etapa (iv) pode ser particularmente realizada antes da etapa (iii) ser realizada.

O processo inventivo permite, de uma maneira econômica, com gasto minimizado em equipamentos, produção simples e barata de uma preparação seca sólida de diformiato de sódio que é tão estável quanto possível, em uma escala industrial. Em particular, surpreendentemente, a despeito do carregamento com alto teor de sal na operação do aparelho de destilação (DV) com a manutenção dos parâmetros de produção inventivos, os depósitos sólidos e incrustações são substancialmente evitados. Uma vantagem adicional é o teor de água baixo que pode ser ajustado de uma maneira simples em uma solução aquosa (E) que é levada à cristalização. Por cristalização do diformiato de sódio em baixos teores de água, por exemplo, menos do que 10 % em peso, com base em uma solução aquosa (E), temperaturas de cristalização elevadas e também rendimentos elevados em uma temperatura final fixa podem ser atingidas.

As preparações de diformiatos de sódio inventivas são obtidos de maneira de costume pela preparação de uma solução aquosa (E) em um estágio de cristalização (KS), cuja solução aquosa (E) essencialmente compreende formiato de sódio, ácido fórmico e água nas razões descritas acima, em particular como constituintes sozinhos. No estágio de cristalização (KS), a fase sólida (F) é cristalizada a partir de uma solução aquosa (E), uma

suspensão aquosa (S) que compreendo licor mãe (G) e a fase sólida (F) sendo obtida. A fase sólida (F) e o licor mãe (G) da suspensão (S) são então separados um do outro em um estágio de separação (TS) por meio de uma separação de fase sólida-líquida convencional. As preparação de diformatos de sódio inventivas são obtidas desta maneira, no geral a jusante de uma etapa de secagem.

A solução aquosa (E) tem uma composição específica como especificado acima, isto é, este essencialmente compreende formiato de sódio, ácido fórmico e água nas razões descritas acima. Para o propósito da presente invenção, entretanto, deve ser observado que, enquanto a solução aquosa (E) já pode compreender formiato de sódio, ácido fórmico e água nas razões descritas acima, a composição da solução aquosa (E) pode, entretanto, variar durante o processo inventivo dentro das ditas razões descritas neste, a mistura de reação resultante também sendo denominada solução aquosa (E). Em particular, isto pode aplicar-se em etapas de processo a água é removida a partir do sistema de reação e/ou em que uma subquantidade (G^*) retirada do licor mãe (G) é reciclada ai sistema de reação, mais particularmente a uma solução aquosa (E) obtida a partir da etapa (iii).

O ácido fórmico usado é comercialmente disponível e pode ser usado como tal sem pré-tratamento. Costumeiramente, é feito o uso de uma solução aquosa de ácido fórmico tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 74 % em peso, em particular pelo menos 80 % em peso, ou preferivelmente um ácido fórmico concentrado. Um ácido fórmico concentrado é considerado significar, por uma pessoa habilitada na técnica, uma solução de ácido fórmico tendo um teor de ácido fórmico de 94 % em peso ou mais, isto é, tendo um teor de água residual menor do que 6 % em peso, em cada caso com base no peso total da solução de ácido fórmico. Ácido fórmico aquoso designa uma solução de ácido fórmico em água tendo um teor de ácido fórmico menor do que 94 % em peso, com base no peso total

da solução aquosa de ácido fórmico. A solução aquosa de ácido fórmico usada preferivelmente tem uma concentração de pelo menos 80 % em peso, particularmente preferível pelo menos 85 % em peso e muito particularmente preferível pelo menos 90 % em peso. Em particular, é feito o uso de ácido fórmico concentrado tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 94 % em peso. A concentração do ácido fórmico ou solução de ácido fórmico pode, em particular, não exceder 99 % em peso e está preferivelmente na faixa de 80 a 99 % em peso, particularmente preferível na faixa de 85 a 99 % em peso e muito particularmente preferível na faixa de 94 a 98 % em peso.

No geral, a alimentação de ácido fórmico (D) na etapa (iii) tem um teor de água tal que a solução aquosa resultante (E) tenha um teor de água de no máximo 25 % em peso, em particular, no máximo 20 % em peso e, especialmente, no máximo 15 % em peso, em cada caso, com base no peso total da solução aquosa (E). Frequentemente, o teor de água do ácido fórmico (D) é tal que a solução aquosa resultante (E) tem um teor de água na faixa de 1 a 25 % em peso, em particular na faixa de 3 a 20 % em peso e, especialmente, na faixa de 5 a 15 % em peso, em cada caso com base no peso total da mistura (B).

O formiato de sódio requerido para a preparação de uma solução aquosa (E) é primeiramente introduzida por intermédio do licor mãe recirculado (G) e, se apropriado (G*) no processo de produção. Se desejado, uma subquantidade (G*), por exemplo, na faixa de 10 a 90 % em peso e, em particular na faixa de 20 a 80 % em peso, com base no peso total do licor mãe (G), pode ser retirado do licor mãe (G) a jusante da remoção da fase sólida (F). Preferivelmente, a quantidade da subquantidade retirada (G*) não excederá 75 % em peso, mais preferivelmente não excederá 50 % em peso e, em particular será menor do que 30 % em peso, por exemplo, na faixa de 5 a 75 % em peso, em particular na faixa de 5 a 50 % em peso, mais particularmente na faixa de 5 a 30 % em peso com base, em cada caso no

peso total do licor mãe (G).

A subquantidade retirada (G^*), no total ou parcialmente, pode ser usada na produção de uma solução aquosa (E), por exemplo, pela alimentação ao estágio de cristalização (KS), se apropriado após a mistura com a corrente (E), respectivamente, retirada do aparelho de destilação (DV), ver a figura 3. Em uma forma de realização, a subquantidade retirada (G^*) é toda usada na produção de uma solução aquosa (E). Em uma outra forma de realização, a subquantidade retirada (G^*) é usada parcialmente na produção de uma solução aquosa (E). A quantidade da subquantidade retirada (G^*) que é parcialmente usada na produção de uma solução aquosa (E) pode estar, por exemplo, na faixa de 1 a 99 % em peso e, em particular na faixa de 5 a 95 % em peso, com base, em cada caso, no peso total de uma subquantidade retirada (G^*).

Em uma forma de realização preferida, a subquantidade (G^*) é usada parcialmente na produção de uma solução aquosa (E), enquanto a parte remanescente (J) de uma subquantidade (G^*) pode ser purgada ou pode ser usada na produção de uma base compreendendo sódio (A), tal como formiato de sódio, ver a figura 3. Neste caso, a quantidade da parte remanescente (J) de uma subquantidade (G^*) pode estar, por exemplo, na faixa de 1 a 99 % em peso e, em particular na faixa de 5 a 95 % em peso, com base, em cada caso no peso total de uma subquantidade retirada (G^*).

Em uma outra forma de realização preferida, uma subquantidade (G^*) é retirada do licor mãe (G) tal que, junto com a quantidade remanescente de licor mãe (G), mais ácido fórmico é recirculado no aparelho de destilação (DV) que, por meio da neutralização pela base compreendendo sódio (A), novamente, uma tal quantidade de formiato de sódio é preparada como foi previamente descartada do processo pela corrente (F) na forma de diformiato de sódio.

A fração de formiato de sódio ainda requerido pode ser

preparado pela neutralização parcial ou substancialmente completa do ácido fórmico presente no licor mãe recirculado (G) e/ou pode ser alimentado diretamente no aparelho de destilação (DV). No primeiro caso, a base compreendendo sódio (A) usado para a neutralização é selecionado de

5 hidróxido de sódio, carbonato de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, alcanoatos de sódio C_1-C_6 , tais como metanolato, etanolato, propanolato, butanolato, pentanolato e hexanolato de sódio e misturas destes. No último caso, formiato de sódio é usado como base compreendendo sódio (A). Preferivelmente, a base (A) é selecionada de formiato de sódio, hidróxido de

10 sódio, carbonato de sódio e mistura destes, particularmente preferível do formiato de sódio e hidróxido de sódio. Misturando-se a base compreendendo sódio (A) e o licor mãe (G) na etapa (ii), a mistura (B) que compreende formiato de sódio e ácido fórmico é obtida.

A base compreendendo sódio (A) pode ser alimentada ao

15 aparelho de destilação (DV) na etapa (ii) na forma de, por exemplo, uma solução aquosa ou suspensão ou ainda como sólido. Preferência é dada a uma alimentação na forma de uma solução aquosa ou suspensão. Para isto, pode ser feito o uso de, por exemplo, uma solução de hidróxido de sódio de 30 a 60 % em peso de concentração, uma solução de carbonato de sódio de 30 a 60 %

20 em peso de concentração ou uma mistura destes ou uma solução de formiato de sódio de 30 a 60 % em peso de concentração. No geral, a solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) tem um teor de água na faixa de 10 a 80 % em peso, em particular na faixa de 20 a 70 % em peso, e especialmente na faixa de 30 a 60 % em peso, em cada caso

25 com base no peso total de uma solução ou suspensão aquosa.

Em uma forma de realização preferida, como a base compreendendo sódio (A), é feito o uso de NaOH na forma de uma solução aquosa de hidróxido de sódio que tem um teor de NaOH na faixa de 20 a 90 % em peso, particularmente preferível na faixa de 30 a 80 % em peso, e muito

particularmente preferível na faixa de 40 a 70 % em peso, em cada caso com base no peso total da solução aquosa de hidróxido de sódio.

Em uma outra forma de realização preferida, como a base compreendendo sódio (A), é feito o uso de formiato de sódio na forma de uma solução aquosa ou suspensão que compreende formiato de sódio em uma quantidade na faixa de 20 a 90 % em peso, particularmente preferível na faixa de 30 a 80 % em peso e muito particularmente preferível na faixa de 40 a 70 % em peso, com base no peso total da solução ou suspensão de formiato de sódio.

O formiato de sódio usado como a base compreendendo sódio (A) pode ser, por exemplo, formiato de sódio técnico. Formiato de sódio obtido na produção de polióis como o produto residual também é adequado para o uso na presente invenção. Neste caso, se apropriado, o descarte parcial de licor mãe é requerido, visto que a síntese de poliol, componentes orgânicos de ebulição alta também são obtidos. Também é possível que a produção do formiato de sódio a ser usada, por exemplo, pela reação de hidróxido, carbonato ou hidrogeno carbonato de sódio com ácido fórmico, pela reação de monóxido de carbono com hidróxido de sódio líquido ou pela reação com formiato de metila com hidróxido de sódio. No caso desta variante, um procedimento pode ser seguido, por exemplo, tal que o NaOH sólido ou uma solução aquosa concentrada deste, se apropriado, com esfriamento e/ou adição, é dissolvido, preferivelmente, no ácido fórmico concentrado. O formiato de sódio pode ser cristalizado neste caso, pela redução da temperatura e/ou diminuição do teor de água da mistura por processos de costume conhecidos por aqueles habilitados na técnica, por exemplo, evaporação, extração, destilação e outros ou a solução ou suspensão de formiato de sódio recentemente fabricada ou, se apropriado temporariamente armazenada está sendo usada como tal. As condições de cristalização para formiato de sódio são conhecidas por aqueles habilitados na técnica e

descritos, por exemplo, em Zagidullin, S. K., *et al.*, "Investigation of Supersaturations in the Sodium Formate - Water System a Optimize Crystallization", Russian Journal of Applied Chemistry, Vol. 69 (1996), 5, 669-672. Por exemplo, a cristalização por evaporação ou a cristalização por esfriamento o esfriamento em parede ou esfriamento evaporativo pode ser realizada. Foi observado que, em temperaturas baixas, por exemplo, em menores do que 30° C, particularmente menores do que 20° C, as formas hidratadas do formiato de sódio que compreendem mais do que uma ligação de molécula de H₂O como água cristalina por unidade de formiato de sódio pode cristalizar-se. No geral, isto é indesejável e, portanto, deve ser evitado pela cristalização em temperaturas mais altas.

No geral, é feito o uso de um formiato de sódio cujo teor de HCOONa é de pelo menos 97 % em peso, com base no peso total da fonte de formiato de sódio usada. Preferivelmente, é feito o uso de um formiato de sódio que compreende menos do que 0,1 % em peso e, em particular menos que 0,05 % em peso, em cada caso com base no peso total da fonte de formiato de sódio usada, de íons de potássio. Se nenhum licor mãe ainda não estiver disponível, como é o caso, por exemplo, antes do primeiro funcionamento do processo, as fontes de formiato de sódio mencionadas acima primeiro servem como uma fonte de formiato de sódio apenas até o licor mãe (G) ou (G*) estar disponível.

Foi mostrada ser vantajosa uma mistura do licor mãe (G) na etapa (ii) com uma quantidade da solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) tal que a mistura resultante (B) tenha um teor de água no máximo 20 % em peso, em particular no máximo 15 % em peso, e especialmente no máximo 12 % em peso, em cada caso com base no peso total da mistura (B). Frequentemente, é feito o uso da solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) em uma quantidade tal que o teor de água da mistura resultante (B) esteja na faixa de 1

a 20 % em peso, em particular na faixa de 3 a 15 % em peso, e especialmente na faixa de 5 a 12 % em peso, em cada caso com base no peso total da mistura (B).

Além disso, mostramos ser vantajoso misturar, na etapa (ii), o licor mãe (G) com uma quantidade da base compreendendo sódio (A) tal que a razão molar de $\text{HCOOH}:\text{HCOONa}$ na mistura resultante (B) está na faixa de 1:1 a 2:1 e, em particular na faixa de 1,2:1 a 1,8:1.

No geral, nas etapas (i) e (ii), a razão em peso da solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) ao licor mãe (G) que é alimentado em cada caso ao aparelho de destilação (DV) está na faixa de 2:1 a 1:6 e, em particular na faixa de 1:1 a 1:3.

De acordo com a invenção, na etapa (iii), a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) é misturada com ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E). Nesta conexão, o ácido fórmico (D) pode ser adicionado a uma mistura (B) diretamente no aparelho de destilação (DV) ou ainda após a retirada de uma mistura (B) do aparelho de destilação (DV). No último caso, o ácido fórmico (D) pode ser adicionado antes ou após a mistura (B) ser alimentada ao estágio de cristalização (KS). É óbvio para uma pessoa habilitada na técnica neste caso também é possível adicionar uma mistura (B) ao ácido fórmico (D) que está presente. Pela mistura do ácido fórmico (D) e uma mistura (B) a solução aquosa (E) é, desta maneira obtido no aparelho de destilação (DV), após a retirada da mistura (B) do aparelho de destilação (DV) e antes da sua alimentação ao estágio de cristalização (KS) ou primeiramente no estágio de cristalização (KS).

As correntes de material respectivas são preferivelmente ajustadas de uma maneira que a solução aquosa (E) compreende ácido fórmico em uma quantidade de pelo menos 1,6 mol, particularmente preferível pelo menos 1,7 mol e muito particularmente preferível pelo menos 1,8 mol de HCOOH por mol de HCOONa . Preferivelmente, a razão molar de

HCOOH:HCOONa na solução aquosa (E) está na faixa de 1,6:1 a 3:1, particularmente preferível na faixa de 1,7:1 a 2,5:1 e muito particularmente preferível na faixa de 1,8:1 a 2,3:1.

5 As correntes de material respectivo são, além disso, preferivelmente ajustado de uma tal maneira que a razão molar de HCOOH:H₂O em uma solução aquosa (E) é pelo menos 1,5:1 e particularmente preferível pelo menos 1,8:1; muito particularmente preferível, está na faixa de 1,5:1 a 10:1 e, em particular na faixa de 1,8:1 a 6,1:1.

10 O aparelho de destilação (DV) usado no processo inventivo é preferivelmente uma coluna de destilação selecionada de colunas de bandeja, as colunas tendo internos fixados, colunas de recheio aleatórias e colunas de embalagem ordenadas. Preferivelmente, é feito o uso de uma coluna de bandeja, por exemplo, uma coluna de bandeja de tampa de bolhas. Se, no aparelho de destilação (DV), a destilação reativa for realizada, por exemplo,
15 usa-se bases que compreendem sódio (A) tais como hidróxido de sódio, carbonato de sódio ou hidrogeno carbonato de sódio, então preferivelmente é feito o uso de bandejas de tempo de sustentação, por exemplo, bandejas de Thormann. Particularmente preferível, é feito o uso de uma coluna de bandejas, em particular uma coluna de bandejas de tampa de bolhas tendo
20 diversas bandejas na faixa de 10 a 40 e, em particular na faixa de 20 a 30.

A taxa de refluxo no aparelho de destilação (DV), em particular na coluna de destilação e, especialmente, na coluna de bandeja, é ajustada, em particular, a um valor na faixa de 0 a 5. costumeiramente, a pressão no aparelho de destilação (DV) estará na faixa de 100 a 1500 mbar e,
25 em particular, na faixa de 200 a 1000 mbar. No geral, a temperatura no aparelho de destilação (DV) está na faixa de 60 a 200° C. Em particular, a temperatura no aparelho de destilação (DV) está na faixa de 60 a 160° C; uma temperatura de 160° C, no geral, será excedida apenas na parte inferior. Em particular, especialmente quando o ácido fórmico (D) também está sendo

alimentado no aparelho de destilação (DV) ou na coluna de destilação, a temperatura sendo estabelecida na parte inferior do aparelho de destilação (DV) ou na coluna de destilação é de importância. O último está, freqüentemente, na faixa de 80 a 200° C, em particular na faixa de 95 a 140° C, e especialmente na faixa de 100 a 135° C.

O procedimento do processo inventivo é descrito a seguir por meio de exemplo usando-se uma coluna de bandejas, por exemplo, uma coluna de bandejas de tampa de bolhas, tendo diversas bandejas na faixa de 20 a 30. É claro, para uma pessoa habilitada na técnica, o processo ilustrado desta maneira pode ser aplicado a outros tipos de aparelhos de destilação (DV), em particular outros tipos de colunas de destilação. As adaptações requeridas para isto, se apropriado, de parâmetros de processos individuais pode ser determinado por uma pessoa habilitada na técnica sem problemas na base em seu conhecimento especialista e/ou pelos experimentos de rotina.

No geral, um procedimento é seguido, tal que, na etapa (i), o licor mãe (G) seja alimentado na região inferior, por exemplo, o terceiro mais baixo ou quarto mais baixo do aparelho de destilação (DV). Isto mostrou-se vantajoso no caso de uma alimentação ao licor mãe (G) aproximadamente na região das 8 bandejas inferiores, por exemplo, na região entre a parte inferior e a sétima bandeja.

Usualmente, na etapa (ii), a base compreendendo sódio (A) é alimentada na parte superior da coluna de destilação (DV). Mostrou-se vantajosa uma alimentação na base compreendendo sódio (A) aproximadamente na região das 4 bandejas superiores, por exemplo, na região a bandeja superior. Misturando-se a base compreendendo sódio (A) e o licor mãe (G) na etapa (ii) produz-se a mistura que compreende formiato de sódio e ácido fórmico que compreende a mistura (B) na coluna de destilação (DV).

De acordo com a invenção, água (C) não requerida para a produção de uma solução aquosa (E), isto é, o excesso de água, é

essencialmente ejetado apenas pela retirada da coluna de destilação (DV) (etapa (iv)). Quantidades pequenas de água que adere à fase sólida (F) obtida no estágio de separação (TS) são descartadas do processo junto com o último. Mostrou-se vantajoso, na etapa (iv), descartar a água (C) na parte superior da
5 coluna de destilação (DV), em particular na região das 3 bandejas superiores, por exemplo, na região das bandejas superiores ou acima. No geral, a água (C) é descartada acima da alimentação da base compreendendo sódio (A). A água (C) desta maneira descartada compreende, se apropriado, pequenas frações de ácido fórmico. No geral, estão presentes apenas como traços na
10 água descartada (C), por exemplo, em uma quantidade não maior do que 0,5 % em peso e, em particular não maior do que 0,25 % em peso, com base no peso total do descarte (C).

Como descrito acima, na etapa (iii), o ácido fórmico (D) pode ser adicionado à mistura (B) diretamente na coluna de destilação (DV) ou
15 ainda após a retirada da mistura (B) da coluna de destilação (DV), em cada caso a solução aquosa (E) sendo obtida de acordo com a invenção.

De acordo com a invenção, a mistura do ácido fórmico (D) e uma mistura (B), quando esta não é realizada na coluna de destilação (DV), pode ser realizada em todos os aparelhos costumeiramente usados para o
20 propósito de produzir uma mistura líquida homogênea, tais como reatores, caldeiras, frascos etc., em particular em recipientes agitados, especialmente aqueles tendo superfícies de troca de calor internas. Estes são conhecidos por aqueles habilitados na técnica. Para evitar os efeitos de corrosão, por exemplo, em reatores ou caldeiras feitas de aço, é vantajoso se as superfícies e
25 paredes entrarem em contato com estiverem revestidas com uma camada de proteção resistentes a ácido, por exemplo, de Teflon[®] ou são revestidos com aços de liga alta resistentes a ácido. É óbvio para uma pessoa habilitada na técnica que estas afirmações aplicam-se igualmente aos componentes da planta para a realização do processo inventivo, em particular, à coluna de

destilação (DV), o estágio de cristalização (KS) e também o estágio de separação (TS).

Em uma forma de realização preferida, na etapa (iii), a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) é retirada da coluna de destilação (DV), a
5 mistura (B) é misturada com ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) e a solução aquosa resultante (E) é alimentada a um estágio de cristalização (KS) (ver a figura 1). A mistura (B) é retirada da coluna de destilação (DV) na região da coluna inferior de destilação (DV), por exemplo, na região das 5 bandejas inferiores, em particular na região abaixo da primeira
10 bandeja, e especialmente na parte inferior.

Em uma outra forma de realização preferida, na etapa (iii), o ácido fórmico (D) é alimentado na região inferior da coluna de destilação (DV) que compreende a mistura (B); a solução aquosa (E) obtida desta
15 maneira na parte inferior da coluna de destilação (DV) é então alimentada a um estágio de cristalização (KS) (ver a figura 2). Neste caso, o ácido fórmico (D) é alimentado marcadamente abaixo da alimentação da base compreendendo sódio (A), por exemplo, na região das 8 bandejas inferiores e, em particular, na região das 5 bandejas inferiores. Em particular, o ácido fórmico (D) é alimentado abaixo da alimentação do licor mãe (G).

20 Em uma outra forma de realização preferida, na etapa (iii), a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) é retirada da coluna de destilação (DV), a mistura (B) é alimentada ao estágio de cristalização (KS) e este é misturado com o ácido fórmico (D) no estágio de cristalização (KS) para obter uma solução aquosa (E). A mistura (B) é retirada da coluna de
25 destilação (DV) na região inferior coluna de destilação (DV), por exemplo, na região das 5 bandejas inferiores, em particular na região abaixo da primeira e, especialmente, na parte inferior.

Particularmente preferível, a solução aquosa (E) e uma mistura (8) são, cada uma, retirada na região abaixo da primeira bandeja, em

particular na parte inferior da coluna de destilação (DV).

A solução aquosa (E) ou a mistura (B) é alimentada ao estágio de cristalização (KS). No último caso, o ácido fórmico (D) também é alimentado diretamente ao estágio de cristalização (KS), a solução aquosa (E) sendo obtida no estágio de cristalização (KS). Se apropriado, a subquantidade (G^*) retirada do licor mãe (G) é adicionalmente alimentado ao estágio de cristalização (KS). A solução aquosa (E) é, no geral, uma mistura líquida homogênea dos materiais de partida ácido fórmico, formiato de sódio e água requeridos para a cristalização de diformiato de sódio. É essencial para a invenção nesta conexão que as razões molares destes materiais de partida definidos acima para a produção da solução aquosa (E) são aderidos.

De acordo com a invenção, a solução aquosa (E) é produzida ou preparada para a cristalização em temperatura elevada, com uma distinção que necessita ser feita entre estes dois aspectos. Por exemplo, a produção da solução aquosa (E), se apropriado sendo realizada na coluna de destilação (DV), pode ser realizado em temperaturas relativamente altas, por exemplo, em uma temperatura estabelecida acima para a operação do aparelho de destilação (DV). Quando a solução aquosa é preparada para a cristalização no estágio de cristalização (KS), em contraste, as temperaturas são, no geral, menores, por exemplo, pelo menos 30°C , em particular pelo menos 40°C , e especialmente pelo menos 50°C , com, no geral 100°C , em particular 80°C , e especialmente 70°C , não sendo excedido. Se, durante a preparação dos materiais de partida no estágio de cristalização (KS), uma solução aquosa homogênea e líquida não estiver diretamente ligada, por exemplo, não por causa de todos os componentes são completamente dissolvidos, a mistura de reação é convertida em uma solução aquosa (E) pela elevação da temperatura, preferivelmente, com agitação.

A temperatura da mistura de reação, por exemplo, na coluna de destilação (DV) e no estágio de cristalização (KS) é ajustado por métodos

convencionais, por exemplo, pelo ajuste das taxas de adição e/ou esfriamento ou aquecimento de uma mistura e/ou das soluções e/ou suspensões adicionadas. No geral, a temperatura no estágio de cristalização (KS) é ajustada antes do início da cristalização de uma tal maneira que uma
5 temperatura na faixa de 30° C a 80° C e, em particular de 40° C a 70° C, está presente na mistura de reação. Preferivelmente, a temperatura da mistura não está acima de 65° C. É crítico para a invenção que a cristalização seja realizada a partir de uma solução aquosa. É possível, como explicado em mais detalhes a seguir, que isto deve ser misturado ou para isto ser misturado, com
10 cristais semente mesmo antes do início da cristalização.

No estágio de cristalização (KS), a mistura de reação é vantajosamente agitada, por exemplo, mexida. A agitação é continuada pelo menos até a solução aquosa completamente agitada (E) é obtida, no geral, até o final ou término da cristalização.

15 De acordo com a invenção, a solução aquosa (E) é levada à cristalização, preferivelmente sob agitação continuada. Isto pode ser atingido, por exemplo, pela evaporação parcial ou pelo esfriamento, preferivelmente, por esfriamento. Se a cristalização for atingida ou iniciada ou acelerada pela evaporação controlada da fase líquida, preferivelmente sob vácuo, deve ser
20 garantido que as razões molares dos componentes na solução (E) estejam dentro das faixas especificadas acima no início da cristalização. Se a cristalização for atingida pelo esfriamento, isto é, preferivelmente, realizado de maneira lenta, vantajosamente por um período de uma pluralidade de horas, por exemplo, até 24 h ou até 12 h, em particular de 1 a 15 h e,
25 especialmente de 2 a 10 h. Neste caso, o diformiato de sódio cristaliza-se. Isto mostrou-se ser vantajoso se o esfriamento for realizado em uma taxa de esfriamento na faixa de 2 a cerca de 20 K/h, por exemplo, cerca de 5 a 15 K/h. para atingir a cristalização completa do composto alvo, é vantajoso esfriar a solução aquosa no dito período a uma temperatura abaixo de 30° C, por

exemplo, cerca de 25, 20, 15 ou 10° C ou abaixo. No geral, neste caso, a temperatura não cai abaixo de 0° C e, em particular 5° C.

Isto mostrou-se ser vantajoso, após a iniciação da formação de cristal, para dissolver os núcleos de cristal ou cristais pequenos primeiro formados, por exemplo, a uma temperatura de no máximo 65° C, em particular na faixa de 25° C a 50° C e depois iniciar o processo de cristalização novamente por esfriamento adicional, se apropriado, lento. Neste esfriamento adicional, a taxa está costumeiramente na faixa de cerca de 0,5 a 20 K/h, por exemplo, de cerca de 1 a 15 K/h, em particular, de cerca de 2 a 15 K/h, especialmente de cerca de 5 a 10 K/h. Preferivelmente, a taxa de esfriamento não excederá um máximo de 25 K/h. A temperatura de cristalização está nas faixas mencionadas acima.

Além disso, pode ser vantajosos adicionar, a uma solução aquosa (E), cristais pré-existent de diformiato de sódio, por exemplo, cristais de diformiato de sódio produzidos em avanço pelo processo inventivo para a promoção do processo de cristalização, isto é, para o propósito que é denominado "semeadura". Tais cristais podem ser adicionados na forma seca ou úmida, colocados em suspensão em um líquido, por exemplo, fase aquosa ou de ácido fórmico ou uma combinação destas formas. Neste caso, a adição é, no geral, realizada acima da temperatura que leva à formação de cristal, mas abaixo da temperatura em que os cristais dissolvem para formar uma solução completamente homogênea. A temperatura da mistura de reação na adição de cristais, portanto, no geral não excederá 65° C e, preferivelmente, estará na faixa de 25 a 50° C. O processo de cristalização pode ser então realizado, como descrito acima, em uma taxa de esfriamento na faixa de cerca de 0,5 a cerca de 20 K/h, por exemplo, cerca de 1 a 15 K/h, em particular cerca de 2 a 15 K/h e, especialmente cerca de 5 a 10 K/h. A temperatura de cristalização está na faixa mencionada acima.

Em uma forma de realização preferida, a cristalização é

realizada de maneira contínua. Para isto, na solução a ser cristalizada ou no estágio de cristalização (KS) uma temperatura constante é mantida em que a cristalização acontece, por exemplo, 25° C ou abaixo, em particular na faixa de 0 a 20° C e, especialmente na faixa de 5 a 15° C, por exemplo, cerca de 10° C. Visto que, em tais temperaturas, a formação de cristal sempre ocorre, a sementeira, neste caso, no geral, não é necessária.

Subseqüente à cristalização, a fase sólida resultante (F) é separada do licor mãe (G). A separação da fase sólida (F) do licor mãe (G) no geral compreende uma etapa de secagem. Em uma forma de realização preferida, a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G) e a fase sólida (F) desta maneira obtida é secada para obter a preparação sólida de diformiato de sódio da presente invenção.

A fase sólida (F) é vantajosamente separada do licor mãe (G) em um presente estágio separado (TS). Para isto, os processos convencionais são conhecidos por aqueles habilitados na técnica, por exemplo, filtração ou centrifugação, preferivelmente, centrifugação, em particular, usando-se centrífugas do tipo empurrador ou tipo puxador. A preparação de diformiato de sódio úmida, desta maneira obtida (fase sólida (F)) no geral ainda compreende pequenas quantidades de ácido fórmico, água e/ou formiato de sódio. O teor de ácido fórmico nesta preparação de diformiato de sódio ainda úmida é costumeiramente maior do que 40,3 % em peso e, em particular na faixa de 40,7 a 42,5 % em peso, com base no peso total da preparação úmida.

O produto úmido (fase sólida (F)) é então secado por processos de secagem de costume, por exemplo, sob vácuo e/ou aquecimento moderado. Secadores e processos de secagem que são utilizáveis para isto são conhecidos por aqueles habilitados na técnica e são descritos, por exemplo, em K. Kroll, Trockner and Trocknungsverfahren [Dryers and drying processes], 2° Edição, Springer Verlag, Berlin 1978. Em particular, pode ser feito o uso de, por exemplo, secadores de contato, secadores de leito

fluidizado e secadores a jato, se apropriado, secadores por pulverização. A volatilidade alta relativa do ácido fórmico presente no produto e também a estabilidade de temperatura limitada do produto deve ser levada em conta neste caso. Durante a secagem, no geral, uma temperatura de produto de 85° C e, em particular, 50° C, não será excedida. O teor de água que permanece no produto após a secagem (teor de água residual), no geral, não é maior do que 0,5 % e está, costumeiramente na faixa de cerca de 0,5 a 0,01 % em peso, preferivelmente no máximo 0,3 % em peso, particularmente preferível no máximo 0,2 % em peso e, muito particularmente preferível no máximo 0,1 % em peso, com base no peso total, determinado pela titulação oxidimétrica de acordo com Karl Fischer (por exemplo, descrito no Wiland, Wasserbestimmung durch Karl-Fischer-Titration [Water determination by Karl-Fischer titration], Darmstadt, GIT, 1985).

Aqui e a seguir, a expressão peso total da preparação de diformiato de sódio é usada sinonimamente com a expressão peso seco total. O peso seco total deve ser uma média do peso da preparação de diformiato de sódio que é produzido pela secagem do produto abaixo de sua temperatura de decomposição, por exemplo, pela secagem em um período de 1 h em uma temperatura de 35° C e uma pressão de 50 mbar.

Para realizar o processo inventivo, é vantajoso atingir um rendimento tão alto quanto o possível, na cristalização do diformiato de sódio, porque como um resultado, as correntes de material interno podem ser minimizadas. Como um resultado, o gasto no aparelho pode ser reduzido, em que, por exemplo, os aparelhos usados podem ser dimensionados menores.

Se uma subquantidade (G^*) for retirada do licor mãe (G) obtido a partir do estágio de separação (TS), esta subquantidade (G^*) pode ser usada, preferivelmente como solução na forma não preparada, na produção de uma solução aquosa (E), por exemplo, pela sua alimentação diretamente ao estágio de cristalização (KS). Alternativamente, a subquantidade (G^*) pode

ser misturada com uma solução aquosa (E) obtida a partir da etapa (iii) antes de ser alimentada ao estágio de cristalização (KS). Obviamente, isto também pode ser temporariamente armazenado em recipientes convencionais, tais como tanques ou caldeiras e usado como requerido em um tempo posterior para a produção de uma solução aquosa. Neste caso, a subquantidade (G^*) é usada, por exemplo, como solução ou suspensão. Além disso, a subquantidade (G^*), no total ou parcialmente, pode ser purgada ou usada na produção com base contendo sódio (A).

Em uma forma de realização preferida, um procedimento é seguido, de uma tal maneira que a base que compreende

(a) solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) é alimentada no topo do aparelho de destilação (DV), em particular a coluna de destilação como descrito acima;

(b) o licor mãe (G) é alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV), a mistura que compreende formiato de sódio e ácido fórmico (B) sendo obtido;

(c) a água (C) é descartada na parte superior do aparelho de destilação (DV);

(d) a mistura (B) da etapa b) é retirada na parte inferior do aparelho de destilação (DV) e misturada com o ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E);

(e) a solução aquosa (E) obtida a partir da etapa d) é alimentada a um estágio de cristalização (KS) e, aqui, levada à cristalização para obter a suspensão (S) que compreende a fase sólida (F) e o licor mãe (G)

e

(f) a suspensão (S) da etapa e) é alimentada a um estágio de separação (TS) em que a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), diformiato de sódio úmido sendo obtido como a fase sólida (F).

Um diagrama do processo que corresponde a esta forma de

realização preferida é reproduzido na figura 1 anexa. A corrente (D) pode ser misturada com o vapor (B) na etapa d) a montante ou a jusante de alimentação ao estágio de cristalização, por exemplo, a montante da alimentação como mostrado de uma tal maneira que a corrente (D) é alimentada a uma corrente (B). Obviamente, a corrente (B) pode ser alternativamente adicionada à corrente (D) ou ambas as correntes (B) e (D) podem ser alimentadas separadamente ao estágio de cristalização e não mistos um com o outro até estes existirem.

Em uma outra forma de realização preferida, um procedimento é seguido de uma tal maneira que

aa) uma solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) que é alimentada na parte superior do aparelho de destilação (DV), em particular a coluna de destilação como descrito acima;

bb) o licor mãe (G) é alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV), a mistura que compreende formiato de sódio e ácido fórmico (B) sendo obtido;

cc) a água (C) é descartada na parte superior do aparelho de destilação (DV);

dd) a mistura (B) da etapa bb) é misturada com o ácido fórmico (D) no aparelho de destilação (DV) para obter uma solução aquosa (E);

ee) a solução aquosa (E) obtida a partir da etapa dd) é retirada na parte inferior do aparelho de destilação (DV), alimentada a um estágio de cristalização (KS) depois levada à cristalização para obter a suspensão (S) que compreende a fase sólida (F) e o licor mãe (G) e

ff) a suspensão (S) da etapa ee) é alimentada a um estágio de separação (TS) em que a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), diformiato de sódio úmido sendo obtido como a fase sólida (F).

Um diagrama do processo que corresponde a esta forma de realização preferida é reproduzida na figura 2 anexa.

Em uma forma de realização particularmente preferida de duas variantes do processo acima (etapas a) a f) e etapas aa) a ff), respectivamente), um procedimento é seguido de uma maneira que, além disso,

g) uma subquantidade (G^*) é retirada do licor mãe (G) obtido a partir do estágio de separação (TS) na etapa f) ou ff) e uma subquantidade retirada (G^*) é alimentada ao estágio de cristalização (KS).

Em uma outra forma de realização particularmente preferida das duas variantes do processo descrito acima (etapas a) a f) e etapas aa) a ff), respectivamente), um procedimento é seguido de uma maneira que, além disso,

g') uma subquantidade (G^*) é retirada do licor mãe (G) obtido a partir do estágio de separação (TS) na etapa f) ou ff), a subquantidade retirada (G^*), no total ou parcialmente, sendo usada na produção de uma solução aquosa (E).

Na etapa g'), a subquantidade retirada (G^*), no total ou parcialmente, pode ser misturada com uma solução aquosa (E) antes da introdução no estágio de cristalização (KS). Alternativamente, a subquantidade retirada (G^*), no total ou parcialmente, pode ser diretamente introduzida no estágio de cristalização (KS). Se apropriado, a parte remanescente (J) de uma subquantidade retirada (G^*) pode ser purgada ou pode ser usada na produção de uma base compreendendo sódio (A), tal como formiato de sódio.

Um diagrama do processo que corresponde às duas formas de realização preferidas particularmente mencionadas (envolvendo a etapa g) ou etapa g') é reproduzida na figura anexa 3.

Ainda, em uma outra forma de realização particularmente

preferida das duas variantes de processo descritas acima (etapas a) a f), e etapas aa) a ff), respectivamente), um procedimento é seguido de uma maneira que, além disso,

5 g") uma subquantidade (G^*) é retirada do licor mãe (G) obtido a partir do estágio de separação (TS) na etapa f) ou ff), a subquantidade retirada (G^*) sendo purgada ou sendo usada na produção da base contendo sódio (A).

Com respeito às formas de realização preferidas acima que compreendem as etapas

- 10
- a) a f) e g),
 - a) a f) e g'),
 - a) a f) e g"),
 - aa) a ff) e g),
 - aa) a ff) e g') ou

15

 - aa) a ff) e g"),

em cada caso as faixas de parâmetro individuais extensivamente descritas acima na forma geral, incluindo suas faixas preferidas, aplicam-se.

20 O processo inventivo pode ser realizado de maneira contínua, semi-contínua ou por bateladas.

A preparação de diformiato de sódio sólida é obtida pelo processo inventivo em uma pureza alta e, portanto, após a secagem, após a secagem tem um alto teor de ácido fórmico ácido fórmico, no geral pelo menos 35 % em peso, freqüentemente pelo menos 36 % em peso, em particular pelo menos 37 % em peso, especialmente pelo menos 38 % em peso, muito especialmente pelo menos 39 % em peso e ainda mais especialmente pelo menos 40 % em peso, em cada caso com base no peso total da preparação de diformiato de sódio. No geral, o teor de ácido fórmico na preparação de diformiato de sódio inventivamente obtida será não maior

do que 41 % em peso e, em particular não maior do que 40,5 % em peso, em cada caso com base no peso total da preparação sólida de diformiato de sódio. Especialmente, o teor está na faixa de 38 a 41 % em peso, muito especialmente na faixa de 39 a 40,5 % em peso e ainda mais especialmente na faixa de 40 a 40,3 % em peso, em cada caso com base no peso total da preparação de diformiato de sódio obténível. O teor de ácido fórmico no produto seco pode ser determinado de uma maneira convencional, por exemplo, pela titulação do ácido fórmico com uma base. É claro, um teor alto de ânions de formiato também está presente no produto seco.

A preparação de diformiato de sódio inventivamente obtida é tipicamente obtida na forma cristalina. É assumido que a preparação corresponde essencial ou completamente à fórmula $\text{HCOONa} \cdot \text{HCOOH}$ (diformiato de sódio), que, entretanto, não deve ser entendida como uma limitação da invenção. Em vez disso, é essencial para a invenção que a preparação compreenda formiato de sódio e ácido fórmico na forma cristalina associada. A modificação cristalina inventivamente obtida do formiato de sódio pode ser identificada, por exemplo, pela dispersão de ângulo amplo de raio X. Modificações indesejadas, por exemplo, por exemplo, hidrogeno tetraformiato de trissódio, também podem ser detectadas de maneira quantitativa pelo mesmo método. A razão molar dos componentes formiato de sódio e ácido fórmico na preparação está costumeiramente na faixa de 0,9: a 1,1:1; em particular na faixa de 0,95:1 a 1,05:1 e corresponde especialmente a cerca de 1:1. A fração de formiato de sódio na preparação é, de costume, de pelo menos 97 % em peso, em particular pelo menos 98 % em peso e, especialmente pelo menos 99 % em peso, em cada caso com base no peso total da preparação. Como constituintes adicionais, a preparação pode compreender, devido à umidade residual ou umidade residual cristalina, no geral de até 1,5 % em peso de ácido fórmico, de até 1,5 % em peso de formiato de sódio e/ou de até 0,5 % em peso de água, em cada caso com base

no peso total da preparação. Em torno de 65° C, Um ponto de transição de fase pode ser observado pode ser observado por meio de DSC (calorimetria de varredura diferencial). A preparação é distinguida por uma higroscopicidade relativamente baixa, em particular, em comparação com hidrogeno tetraformiato de trissódio. Além disso, a preparação inventivamente obtida de diformiato de sódio é suficientemente estável para garantir um manuseio e um processamento livres de problemas (adicional). Além disso, o teor de íons de potássio da preparação obtida é, no geral, de no máximo 1000 ppm e, em particular no máximo 500 ppm, em cada caso com base no peso total. O teor de cloreto devido ao procedimento de preparação na preparação formiato de sódio inventivamente obtida é, no geral, menor do que 1500 ppm e, em particular menor do que 1000 ppm, em cada caso com base no peso total.

O processo inventivo para a produção de uma preparação de diformiato de sódio seca sólida na forma estável cristalina torna possível a aplicação das condições de produção em uma escala industrial. O processo é distinguido, em particular, pelo fato que uma maneira eficiente de descartar água é implementado. Por estes meios, um teor de água especialmente da solução aquosa a ser cristalizada pode ser mantido baixo, o que é acompanhado pelas vantagens mencionadas acima.

O produto sólido resultante pode ser triturado antes e/ou após a etapa de secagem, por exemplo, por meio de pilões, cortadores, prensas de punção e moinhos de rolos, aglomerados, por exemplo, por meio de misturadores e/ou compactados, por exemplo, por meio de prensas e compactadores. Os aparelhos usados para uma tal trituração são conhecidos por aqueles habilitados na técnica.

Dependendo do propósito desejado de uso, a preparação de diformiato de sódio inventivamente produzida ainda pode ser processada, em particular, pós de tamanho de partícula definido podem ser produzidos, as partículas produzidas podem ser cobertas com revestimentos e/ou misturas

com outros aditivos podem ser preparados. Como exemplos de revestimentos ou materiais de revestimentos que podem ser mencionados são óleos, tais como óleo de soja, gorduras e ácidos graxos, tais como ácido palmítico ou esteárico ou revestimentos poliméricos, por exemplo, feitos de polialquilenos e derivados destes. Os aditivos de costume são, em particular, auxiliares de fluxo, tais como sílica etc. os processos adequados para o revestimento e também os aditivos levados em consideração são totalmente conhecidos por aqueles habilitados na técnica no campo respectivo, ver, por exemplo, DE 102 31 891 A1.

De acordo com a invenção, a preparação de diformiato de sódio produzido está na forma sólida, em particular como o pó cristalino ou como grânulos ou compactados. Dependendo dos requerimentos orientados de aplicação, os pós, grânulos ou compactados tem um tamanho de partícula médio na faixa de 1 μm a 10.000 μm , em particular de 10 μm a 5000 μm e especialmente de 100 μm a 2500 μm .

A preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida e as formulações e composições que compreendem estas são adequadas para o uso nos campos para animais (rações para animal), em particular como aditivos para a ração para animal na forma de aditivos alimentícios e especialmente como aditivos para pré-misturas para a ração para animal. As pré-misturas são misturas que, no geral, compreendem minerais, vitaminas, aminoácido, elementos traço e também, se apropriado, enzimas. As rações para animal e os aditivos de ração que compreendem a preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente preparada são particularmente adequados para animais monogástricos, tais como porcos, especialmente leitões, porcas de criação e porcos de engorda e também aves domésticas, especialmente, frangos, galinhas poedeiras, perus, patos, gansos, codornizes, faisões e avestruzes.

Dependendo das substâncias remanescentes ou aditivos

presentes na ração ou aditivo de ração, o teor da preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente preparada na ração ou aditivo de ração pode variar grandemente. No caso de aditivos de ração, o teor, além disso, depende do tipo da formulação, por exemplo, na adição de aditivos, tais como dessecadores, em um revestimento possível e no teor de umidade residual. Costumeiramente, o teor de preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida no aditivo de ração está, por exemplo, na faixa de 0,1 a 99,5 % em peso, em particular de 0,5 a 75 % em peso, e especialmente de 1 a 50 % em peso, com base no peso seco total do aditivo de ração. A preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida também é adequada para o uso em uma pré-mistura e pode, neste caso, ser usado nas quantidades de costume, por exemplo, misturadas.

Em particular no caso de uso na ração para animal e em aditivos de ração para aves domésticas, um teor pequeno de íons de potássio é vantajoso, visto que o potássio neste caso, pode desenvolver uma ação diurética. O uso da preparação de diformiato de sódio inventivamente produzida para o propósito mencionado acima, desta maneira, fornece uma fonte de sódio e formiato ácido, sem, necessariamente, a fração de íons de potássio sendo aumentada. Por exemplo, um aditivo de ração sólido pode ser formulado compreendendo a preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente preparada e é essencialmente isenta de íons de potássio. Neste caso, essencialmente isentos de íons de potássio significa que o teor de íons de potássio é de, no máximo 1000 ppm e, em particular no máximo 500 ppm, em cada caso com base no peso do aditivo de ração.

As rações para animal são compostas, de uma tal maneira que o requerimento correspondente para os nutrientes é otimamente coberto pelas espécies animais respectivas. No geral, os componentes de ração vegetal, tais como farinha de milho, trigo ou cevada, farinha de soja total, farinha de extração de soja, farinha de extração de linhaça, farinha de extração de

semente de colza, farinha verde ou farinha de ervilha são selecionados como fontes de proteína bruta. Para garantir um teor de energia apropriado da ração, óleo de soja ou outras gorduras animais ou vegetais são adicionadas. Visto que as fontes de proteína vegetal compreendem alguns aminoácidos essenciais apenas em uma quantidade insuficiente, as rações são freqüentemente enriquecidas com aminoácidos. Estes são, primariamente lisina e metionina. Para garantir o fornecimento mineral e de vitamina dos animais de fazenda, além disso, minerais e vitaminas são adicionados. O tipo e a quantidade de minerais e vitaminas depende da espécie animal e é conhecido como aqueles habilitados na técnica (ver, por exemplo, Jeroch et al, Ernährung landwirtschaftlicher Nutztiere [Nutrition of agricultural farm animals], Ulmer, UTB). Para cobrir o requerimento de nutriente e energia, pode ser feito o uso de rações completas que compreendem todos os nutrientes em uma razão a uma outra cobertura de requerimentos. Isto pode formar a ração sozinha dos animais. Alternativamente, uma ração complementar pode ser adicionada a uma ração de grãos de cereais. A ração complementar pode compreender misturas de ração ricas em proteína, mineral e vitamina que complementa a ração.

A preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida é adequada, em particular, como aquela que é denominada um acidificante. Os acidificantes significam aquelas substâncias que diminuem o pH. A expressão não compreende apenas aquelas substâncias que diminuem o pH no substrato pH (por exemplo, ração para animal), mas também aquelas que diminuem o pH no trato gastrointestinal do animal.

A preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida é adequada, em particular, como uma composição tendo efeito promotor do desempenho e/ou desenvolvimento. Em uma forma de realização preferida, a preparação sólida de diformiato de sódio é usada como uma tal composição promotora do desempenho e/ou desenvolvimento

para animais monogástricos, em particular para porcos e/ou aves domésticas.

A preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida é adequada, além disso, como conservante, em particular, como conservantes para rações verdes e/ou rações para animal.

5 A preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida pode ser usada vantajosamente na produção de silagem. Esta acelera a fermentação de ácido láctico e/ou evita a fermentação secundária e inibe o desenvolvimento de leveduras nocivas, de modo que estes podem ser usados como aditivos de silagem (auxiliares de silagem).

10 O uso da preparação de diformiato de sódio sólida inventivamente produzida como fertilizante também é possível.

DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A Fig. 1 mostra um diagrama para realizar uma variante do processo inventivo. Em particular, a fig. 1 ilustra a forma de realização preferida do processo inventivo de acordo com as etapas já mencionadas a) a f).

Em detalhes, no processo mostrado na fig. 1, um procedimento é seguido, tal que a solução ou suspensão aquosa que compreende a base compreendendo sódio (A)- é alimentada na parte superior ao aparelho de destilação (DV), em particular de uma coluna de destilação (etapa a)). O licor mãe (G) é alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV), a mistura que compreende formiato de sódio e ácido fórmico (B) sendo obtida (etapa b)). A água (C) é descartada na parte superior do aparelho de destilação (DV) (etapa c)). A mistura (B) da etapa b) é retirada na parte inferior do aparelho de destilação (DV) e esta é misturada com o ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) (etapa d)). A solução aquosa (E) obtida a partir da etapa d) é alimentada a um estágio de cristalização (KS) e esta é levada à cristalização neste para obter a suspensão (S) que compreende a fase sólida (F) e o licor mãe (G) (etapa e)). A suspensão (S) da etapa e) é alimentada a

um estágio de separação (TS) em que a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), diformiato de sódio úmido sendo obtido como a fase sólida (F) (etapa ff). Opcionalmente, a fase sólida (F) pode ser secada por meios convencionais (não mostrado).

5 A Fig. 2 mostra um diagrama para realizar uma variante adicional do processo inventivo. Em particular, a fig. 2 ilustra a forma de realização preferida do processo inventivo de acordo com as etapas já mencionadas aa) a ff).

Em detalhes, no processo mostrado na fig. 2, no geral um
 10 procedimento é seguido, tal que a solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A)- é alimentada na parte superior do aparelho de destilação (DV), em particular da coluna de destilação (etapa aa)). O licor mãe (G) é alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV), a mistura que compreende o formiato de sódio e ácido fórmico (B) sendo obtido (etapa bb)). A água (C) é descartada na parte superior do
 15 aparelho de destilação (DV) (etapa cc)). A mistura (B) da etapa bb) é misturada com o ácido fórmico (D) no aparelho de destilação (DV) para obter uma solução aquosa (E) (etapa dd)). A solução aquosa (E) obtida a partir da etapa dd) é retirada na parte inferior do aparelho de destilação (DV),
 20 alimentada ao estágio de cristalização (KS) e levado à cristalização neste para obter a suspensão (S) que compreende a fase sólida (F) e o licor mãe (G) (etapa ee)). A suspensão da etapa ee) é alimentada a um estágio de separação (TS) em que a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), diformiato de sódio úmido sendo obtido como a fase sólida (F) (etapa ff)). Opcionalmente, a fase
 25 sólida (F) pode ser secada por meios convencionais (não mostrado).

A Fig. 3 mostra um diagrama para realizar uma variante adicional do processo inventivo. Em particular, a fig. 3 ilustra a forma de realização preferida do processo inventivo de acordo com as etapas já mencionadas a) a f) e g), etapas a) a f) e g'), etapas aa) a ff) e g) ou etapas aa)

a ff) e g'), respectivamente.

Em detalhes, no processo mostrado na fig. 3, no geral um procedimento é seguido tal que a solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) é alimentada na parte superior do aparelho de destilação (DV), em particular de uma coluna de destilação (etapa aa)). O licor mãe (G) é parcialmente alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV), a mistura que compreende o formiato de sódio e ácido fórmico (B) sendo obtido (etapa bb)). A água (C) é descartada na parte superior do aparelho de destilação (DV) (etapa cc)). A mistura (B) da etapa bb) é misturada com o ácido fórmico (D) no aparelho de destilação (DV) para obter uma solução aquosa (E) (etapa dd)). A solução aquosa (E) obtida a partir da etapa dd) é retirada na parte inferior do aparelho de destilação (DV), alimentada a um estágio de cristalização (KS) e misturada no estágio de cristalização (KS) com uma subquantidade (G^*) retirada do licor mãe (G) (etapas ee) e g) ou g'), respectivamente). Alternativamente, como é óbvio para uma pessoa habilitada, a mistura da solução aquosa (E) com uma subquantidade (G^*) pode ser realizada pela introdução das correntes combinadas (E) e (G^*) no estágio de cristalização (KS). No estágio de cristalização (KS) a solução aquosa (E) é levada à cristalização para obter a suspensão (S) que compreende a fase sólida (F) e o licor mãe (G) (etapa ee)). A suspensão (S) da etapa ee) é alimentada a um estágio de separação (TS) em que a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), diformiato de sódio úmido sendo obtido como a fase sólida (F) (etapa ff)). O licor mãe (G) da etapa ff) é parcialmente alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV), após uma subquantidade (G^*) ser removida do licor mãe (G) (etapa g) ou g'), respectivamente). A subquantidade retirada (G^*), no total ou parcialmente, é usada na produção de uma solução aquosa (E). Em uma forma de realização, a subquantidade retirada (G^*) é totalmente introduzida no estágio de cristalização (KS) (etapa g)). Em uma outra forma de realização, a

subquantidade retirada (G^*) é parcialmente introduzida no estágio de cristalização (KS), a parte remanescente (J) de uma subquantidade retirada (G^*) sendo purgada ou usada na produção de uma base compreendendo sódio (A) (etapa g')). Opcionalmente, a fase sólida (F) pode ser secada por meios convencionais (não mostrado).

Os exemplos a seguir servem para ilustrar a invenção e não devem, de maneira alguma, serem usados como limitantes. Nesta conexão, uma pessoa habilitada na técnica entenderá que, em particular, as taxas de fluxo de correntes de material especificadas neste correspondem decisivamente às dimensões de aparelho usadas. Quando o processo inventivo é realizado em uma escala industrial, os valores proporcionalmente correspondentes devem ser usados.

Exemplos 1 a 4

Referência é feita à Figura anexa 1 que mostra um diagrama de um processo variante do processo inventivo. Nos exemplos de 1 a 4, o licor mãe (G) obtido a partir do estágio separação (TS) é, em cada caso, completamente recirculado a uma coluna de bandejas de tampa de bolhas tendo 25 bandejas (aparelho de destilação ou coluna de destilação (DV)). A coluna de bandejas de tampa de bolhas foi adaptada com um evaporador de circulação de 400 ml com controle de nível. A descarga procedeu a partir da parte inferior por uma circulação sendo gerada por meio de uma bomba K-Engineering, no lado de pressão cuja válvula solenóide foi atuada, dependendo do nível inferior.

No topo da coluna de destilação (DV), uma solução aquosa de formiato de sódio de 40 % em peso de concentração (base compreendendo sódio (A)) foi alimentada em taxas de fluxo na faixa de cerca de 120 a 130 g/h na região da bandeja de superior. O licor mãe (G) foi alimentado na região inferior da coluna de destilação (DV) acima da altura da quinta bandeja em taxas de fluxo na faixa de cerca de 210 a 220 g/h, a mistura que compreende

formiato de sódio e ácido fórmico (B) sendo obtido. A mistura resultante (B) têm as composições especificadas respectivamente na tabela 1 abaixo. A partir da tabela 1, da mesma maneira, seguem as temperaturas da parte inferior médias que são estabelecidas em cada caso na região do evaporador por circulação e também as pressões estabelecidas na coluna de bandejas de tampa de bolhas. O excesso de água (C) foi descarregada na parte superior da coluna de destilação (DV) na região acima da bandeja superior. As quantidades de água (C) neste caso foram, em cada caso na faixa de cerca de 73 a 88 g/h e compreende frações de ácido fórmico na faixa de 0,01 a 0,2 % em peso. A mistura (B) foi retirada na parte inferior da coluna de destilação (DV). As quantidades de mistura (B) descartadas neste caso onde, em cada caso, na faixa de 258 a 276 g/h.

Subseqüentemente, 94 % em peso de concentração de ácido fórmico aquoso (D) foi alimentado a uma mistura (B), por exemplo, em uma quantidade na faixa de cerca de 10 a 15 % em peso, com base no peso total da mistura (B). A solução aquosa resultante (E) teve, em cada caso, composições definidas de acordo com a invenção; por exemplo, 53,5 % em peso de ácido fórmico, 38,5 % em peso de formiato de sódio e 8,0 % em peso de água. A solução aquosa (E) foi alimentada ao estágio de cristalização (KS) e foi levada neste, até a cristalização, para obter a suspensão (S) que compreende a fase sólida (F) e o licor mãe (G). A suspensão resultante (S) foi alimentada ao estágio de separação (TS), em que a fase sólida (F) foi separada do licor mãe (G), diformiato de sódio úmido sendo obtido como a fase sólida (F). A fase sólida resultante (F) compreendeu, em cada caso quantidades residuais de água na faixa de 0,6 a 0,9 % em peso. A fase sólida (F) foi secada em cada caso em uma temperatura de produto de 35° C e uma pressão de 50 mbar em uma cabine de secagem por cerca de 2 h. A preparação sólida resultante de diformiato de sódio tem um teor e água de no máximo 0,1 % em peso em cada caso.

Tabela 1:

Exemplo N° (amostra N°)	Tempo [h]	T _{fundo} média [°C]	Pressão [mbar]	alimentação G [% em peso]			mistura B [% em peso]		
				FA	H ₂ O	Nafo	FA	H ₂ O	Nafo
1 (1)	6	112,2	400	56,7	12,3	31,0	48,2	5,9	45,9
1 (2)	8,5	111,7	400	56,7	12,3	31,0	49,4	6,0	44,6
2 (1)	4,5	110,9	500	56,7	12,3	31,0	46,6	9,5	43,8
2 (2)	6,5	110,9	500	56,7	12,3	31,0	46,9	9,6	43,6
2 (3)	9	111,0	500	56,7	12,3	31,0	46,8	9,6	43,7
3 (1)	5	117,3	600	56,0	12,0	32,0	46,3	8,8	44,9
3 (2)	7,5	116,9	600	56,0	12,0	32,0	47,3	9,1	43,6
4 (1)	6	128,1	800	56,0	12,0	32,0	47,1	7,1	45,8
4 (2)	8	126,2	800	56,0	12,0	32,0	47,4	7,0	45,7

Na Tabela 1, FA é ácido fórmico e Nato é formiato de sódio. A temperatura de fundo média T_{fundo} foi medida na região do evaporador de circulação.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de uma preparação de diformiato de sódio sólida tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 35 % em peso com base no peso total de preparação de diformiato de sódio, em que, em
5 temperatura elevada, uma solução aquosa (E) é produzida, que compreende formiato de sódio e ácido fórmico em uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{HCOONa}$ maior do que 1.5:1 e que tem uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{H}_2\text{O}$ de pelo menos 1.1:1, a solução aquosa (E) é levada à cristalização para obter uma fase sólida (F) e um licor mãe (G) e a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G),

10 (i) o licor mãe (G), no total ou parcialmente, sendo alimentado a um aparelho de destilação (DV);

(ii) o licor mãe (G) no aparelho de destilação (DV) sendo misturado com uma base compreendendo sódio (A) para obter uma mistura (B) que compreende formiato de sódio e ácido fórmico;

15 (iii) misturando-se a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) com ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) e

(iv) excesso de água (C) sendo essencialmente ejetado apenas pela retirada do aparelho de destilação (DV).

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado
20 pelo fato de que, na etapa (i), o licor mãe (G) é alimentado parcialmente ao aparelho de destilação (DV) após uma subquantidade (G^*) ser removida do licor mãe (G).

3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado
25 usada na produção de uma solução aquosa (E).

4. Processo de acordo com a reivindicação 2 ou 3, caracterizado pelo fato de que a quantidade da subquantidade retirada (G^*) é menor do que 30 % em peso, com base no peso total do licor mãe (G).

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações

precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (i), o licor mãe (G) é alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV).

5 6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (ii), a base compreendendo sódio (A) é alimentada na parte superior do aparelho de destilação (DV).

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (iv), a água (C) é descartada na parte superior do aparelho de destilação (DV).

10 8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (iii), a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) é retirada do aparelho de destilação (DV), misturado com o ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) e a solução aquosa resultante (E) é alimentada a um estágio de cristalização (KS).

15 9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7, caracterizado pelo fato de que, na etapa (iii), o ácido fórmico (D) é alimentado na região inferior do aparelho de destilação (DV) que compreende a mistura (B) e a solução aquosa (E) obtida desta maneira na parte inferior do aparelho de destilação (DV) é alimentada a um estágio de cristalização (KS).

20 10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que o ácido fórmico (D) é alimentado abaixo da alimentação da base compreendendo sódio (A) e abaixo da alimentação do licor mãe (G).

25 11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7, caracterizado pelo fato de que, na etapa (iii), a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) é retirada do aparelho de destilação (DV), alimentada a um estágio de cristalização (KS) e, no estágio de cristalização (KS), misturado com o ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E).

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a solução aquosa (E) ou a mistura

(B) é retirada na parte inferior do aparelho de destilação (DV).

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 8 a 12, caracterizado pelo fato de que a suspensão (S) obtida a jusante do estágio de cristalização (KS) é alimentada a um estágio de separação (TS) para a separação da fase sólida (F) do licor mãe (G).

14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o aparelho de destilação (DV) é uma coluna de destilação selecionada das colunas de bandeja, as colunas tendo internos fixos, colunas de recheio aleatórias e colunas de recheio ordenadas.

15. Processo de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a coluna de destilação é uma coluna de bandejas tendo diversas bandejas na faixa de 10 a 40.

16. Processo de acordo com a reivindicação 14 ou 15, caracterizado pelo fato de que a taxa de refluxo no aparelho de destilação (DV) está na faixa de 0 a 5.

17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a pressão no aparelho de destilação (DV) está na faixa de 100 a 1500 mbar.

18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a temperatura no aparelho de destilação (DV) está na faixa de 60 a 200° C.

19. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que base compreendendo sódio (A) é selecionada de formiato de sódio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, hidrogeno carbonato de sódio, alcenoatos de sódio C₁-C₆ e misturas destes.

20. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (ii), a base compreendendo sódio (A) é alimentada ao aparelho de destilação (DV) na

forma de uma solução aquosa ou suspensão.

21. Processo de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que a solução ou suspensão aquosa que compreende a base compreendendo sódio (A) tem um teor de água na faixa de 10 a 80 % em peso, com base no peso total da solução ou suspensão aquosas.

22. Processo de acordo com a reivindicação 20 ou 21, caracterizado pelo fato de que, como a base compreendendo sódio (A), é feito o uso de formiato de sódio na forma de uma solução aquosa ou suspensão que compreende formiato de sódio em uma quantidade na faixa de 20 a 90 % em peso, com base no peso total da solução ou suspensão de formiato de sódio.

23. Processo de acordo com a reivindicação 20 ou 21, caracterizado pelo fato de que, como a base compreendendo sódio (A), é feito o uso de NaOH na forma de uma solução aquosa de hidróxido de sódio que tem um teor de NaOH na faixa de 20 a 90 % em peso, com base no peso total da solução aquosa de hidróxido de sódio.

24. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 20 a 23, caracterizado pelo fato de que, na etapa (ii), o licor mãe (G) é misturado com uma quantidade da solução ou suspensão aquosa que compreende base compreendendo sódio (A) tal que a mistura resultante (B) tenha um teor de água de no máximo 20 % em peso, com base no peso total da mistura (B).

25. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (ii), o licor mãe (G) é misturado com uma quantidade da base compreendendo sódio (A) tal que a razão molar de $\text{HCOOH}:\text{HCOONa}$ na mistura resultante (B) esteja na faixa de 1:1 a 2:1.

26. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 20 a 25, caracterizado pelo fato de que, nas etapas (i) e (ii), a razão em peso da solução ou suspensão aquosas que compreende a base

compreendendo sódio (A) ao licor mãe (G) que é alimentado em cada caso ao aparelho de destilação (DV) está na faixa de 2:1 a 1:6.

27. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que, na etapa (iii), pelo menos 80 % em peso de concentração de ácido fórmico aquoso (D) é alimentado.

28. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a alimentação de ácido fórmico (D) na etapa (iii) tem um teor de água tal que a solução aquosa resultante tenha um teor de água de no máximo 25 % em peso, com base no peso total da solução aquosa (E).

29. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a preparação de diformiato de sódio sólida tem um teor de ácido fórmico na faixa de 38 a 41 % em peso, com base no peso total da preparação de diformiato de sódio.

30. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a preparação de diformiato de sódio sólida, se apropriado após uma etapa de secagem, tem um teor de água não maior do que 0,5 % em peso, com base no peso total da preparação.

31. Uso de uma preparação de diformiato de sódio sólida obtenível por um processo como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 30, caracterizado pelo fato de ser como aditivo de ração para a ração para animal, em particular para ração para animal monogástrico e especialmente para a ração para animal para porcos e/ou aves domésticas.

Fig. 1

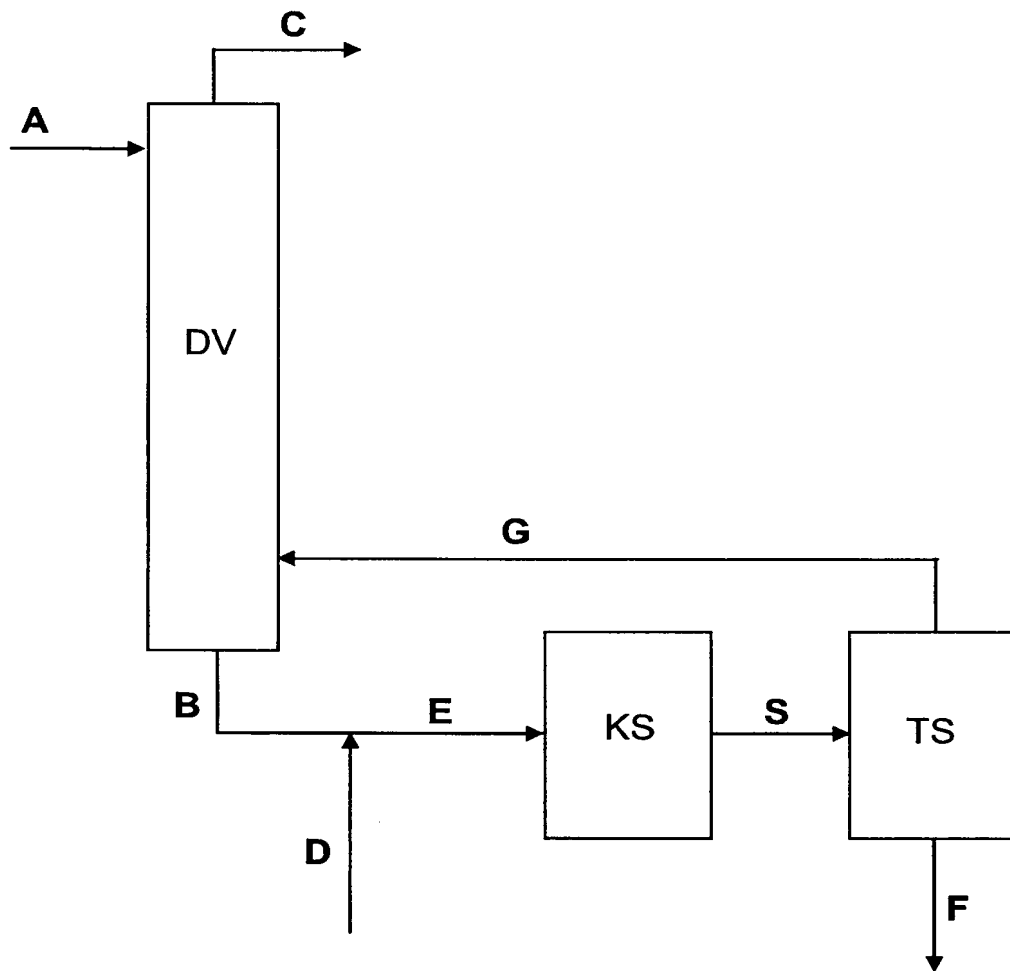


Fig. 2

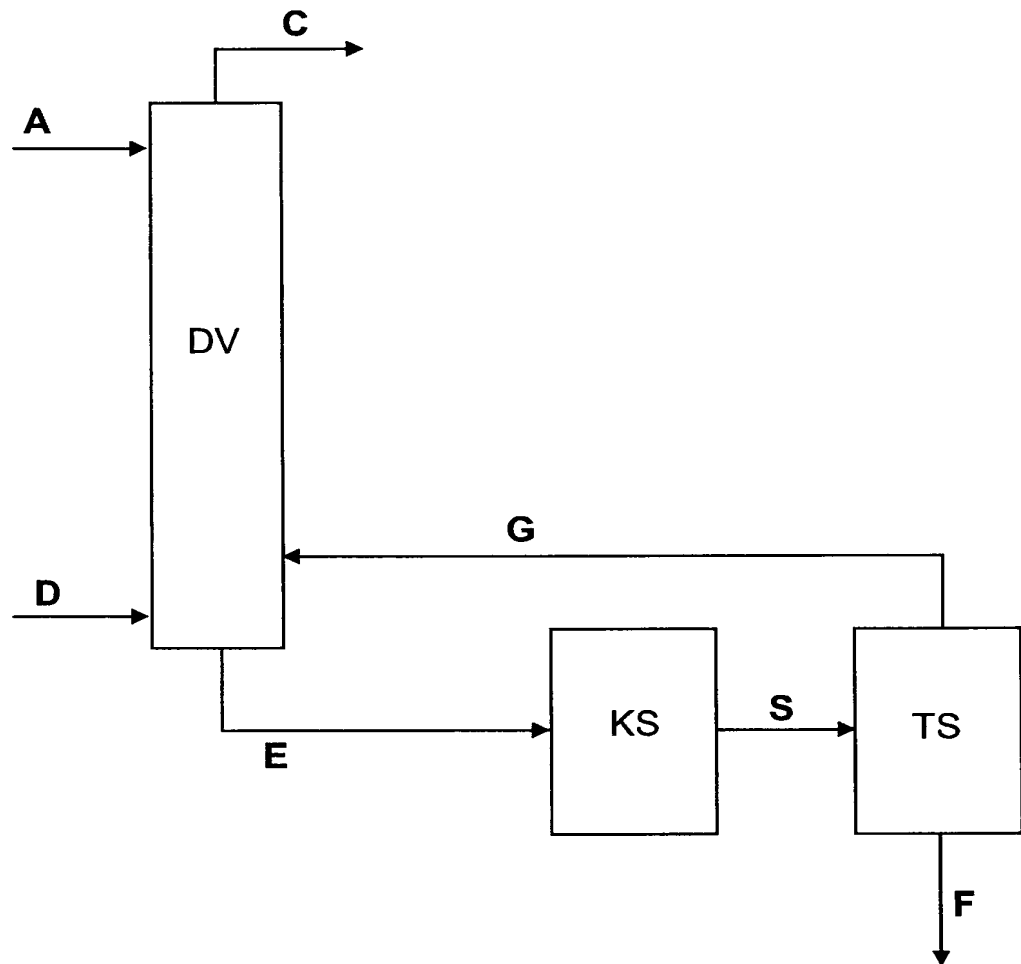
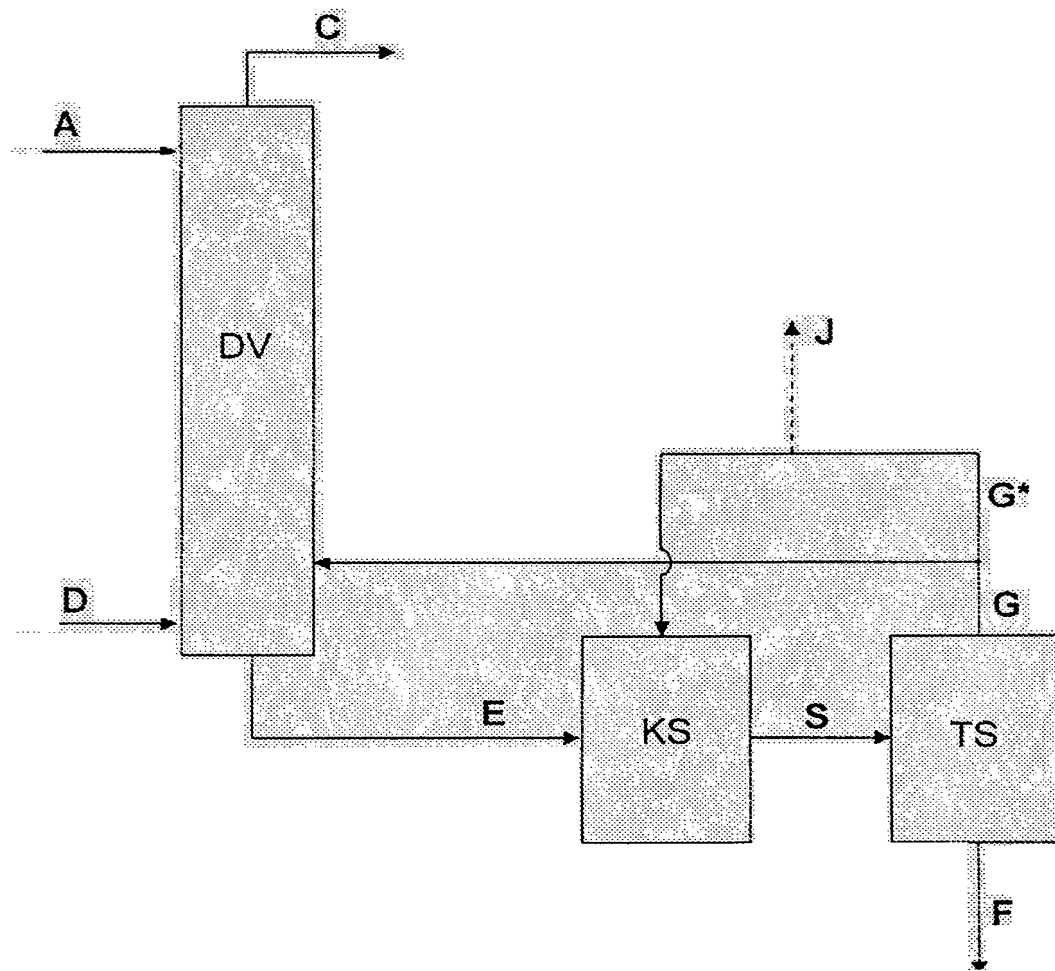


Fig. 3



RESUMO

“PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA, E, USO DE UMA PREPARAÇÃO DE DIFORMIATO DE SÓDIO SÓLIDA”

5 A presente invenção diz respeito a um processo para a produção de uma preparação de diformiato de sódio sólida tendo um teor de ácido fórmico de pelo menos 35 % em peso com base no peso total de preparação de diformiato de sódio, em que, em temperatura elevada, uma solução aquosa (E) é produzida, que compreende, formiato de sódio e ácido fórmico em uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{HCOONa}$ maior do que 1,5:1 e que tem uma razão molar de $\text{HCOOH}:\text{H}_2\text{O}$ de pelo menos 1,1:1, a solução aquosa (E) é levada à cristalização para obter uma fase sólida (F) e um licor mãe (G) e a fase sólida (F) é separada do licor mãe (G), (i) o licor mãe (G) sendo alimentado a um aparelho de destilação (DV); (ii) o licor mãe (G) no aparelho de destilação (DV) sendo misturado com uma base compreendendo sódio (A) para obter uma mistura (B) que compreende formiato de sódio e ácido fórmico; (iii) misturando-se a mistura (B) obtida a partir da etapa (ii) com ácido fórmico (D) para obter uma solução aquosa (E) e (iv) excesso de água (C) sendo essencialmente ejetados apenas pela retirada do aparelho de destilação (DV) e também ao uso de uma preparação de diformiato de sódio sólida obténível pelo processo inventivo como aditivo de ração para a ração para animal, em particular para a ração para animal monogástrico e especialmente para a ração para animal para porcos e/ou aves domésticas.